

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :
(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 510 581

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 82 13526**

(54) Procédé pour la production d'un maïtose de haute pureté.

(51) Classification internationale (Int. Cl. 3). C 07 H 3/04.

(22) Date de dépôt..... 3 août 1982.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : JP, 3 août 1981, n° 121725/1981.

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 5 du 4-2-1983.

(71) Déposant : Société dite : KABUSHIKI KAISHA HAYASHIBARA SEIBUTSU KAGAKU KEN-KYUJO. — JP.

(72) Invention de : Toshio Miyake, Shuzo Sakai et Takashi Shibuya.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Armand Kohn,
5, av. Foch, 92380 Garches.

L'invention concerne un procédé pour la production d'un maltose de haute pureté.

On a récemment établi différents avantages que présentait le maltose dans les produits alimentaires et pharmaceutiques, de sorte que son utilisation s'est rapidement étendue à la production de ces produits. Cette augmentation de l'utilisation du maltose a inévitablement conduit à une augmentation de la demande d'un maltose de haute pureté.

Traditionnellement, on se procurait le maltose 10 sous la forme d'un produit d'amidon saccharifié, avec une teneur en maltose de l'ordre de 40-50 % en poids sur la base du solide sec (tous les pourcentages utilisés dans la présente description s'entendent en pourcentages en poids sur la base du solide sec sauf mention contraire), ce que l'on peut 15 obtenir en soumettant à l'action de l'enzyme du malt une solution d'amidon liquéfiée.

Les récents progrès de la technique de la saccharification de l'amidon permettent une production relativement plus facile d'un produit d'amidon saccharifié présentant une 20 teneur en maltose de 50 % ou plus, par exemple en combinant la β -amylase à une enzyme de déramification de l'amidon.

Cependant, la technique de saccharification de l'amidon décrite ci-dessus rend particulièrement difficile, du point de vue tant économique que technique, la production 25 directe d'un maltose de haute pureté présentant une teneur en maltose de 90 % ou plus.

Des brevets récents présentent certaines tentatives ayant pour but d'obtenir un maltose de haute pureté, tentatives consistant à introduire une solution de glucose 30 contenant du maltose dans une colonne d'une résine échangeuse d'anions. Par exemple, le brevet japonais N° 46 290/77 présente un procédé destiné à produire un maltose de haute pureté et consistant à préparer une solution de glucose comprenant essentiellement de la dextrine et environ 65 % de 35 maltose, et à faire subir à cette solution un échange par une

résine échangeuse d'anions de forme OH pour adsorber le constituant maltose et éliminer le constituant dextrine.

Cependant, et comme, dans un procédé selon le brevet ci-dessus, le constituant maltose est adsorbé par la résine

- 5 échangeuse d'anions de forme OH, la solution doit être mise en contact avec la résine à la température la plus faible possible, de préférence en-dessous de 20°C, pour éviter l'isomérisation du constituant maltose. Ainsi, l'augmentation de la viscosité et de la contamination microbienne est
- 10 inévitable, tout comme l'est la diminution de l'aptitude à la purification, ce qui rend la transposition de ce procédé à l'échelle industrielle très difficile. En outre, le brevet japonais N° 20 579/79 présente un procédé pour la production d'un maltose de haute pureté, consistant à introduire une
- 15 solution de glucose contenant du glucose et du maltose dans une colonne garnie d'une résine échangeuse d'anions de forme SO_3^{2-} ou SO_3H^- , pour fractionner la solution en ses constituants glucose et maltose. Ce procédé ne convient cependant pas pour la production à l'échelle industrielle d'un maltose
- 20 de haute pureté, du fait que la liaison du groupe SO_3^{2-} ou SO_3H^- est instable.

L'invention a pour but de créer des procédés permettant de produire un maltose de haute pureté en utilisant une résine échangeuse de cations fortement acide, et plus particulièrement de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux, en remplacement de la résine échangeuse d'anions, qui présente les inconvénients décrits ci-dessus.

Les recherches entreprises ont montré qu'il était possible d'obtenir facilement un maltose de haute pureté en introduisant une solution de glucose ayant une teneur en maltose d'au moins 70 % dans une colonne garnie d'une résine échangeuse de cations fortement acide de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux ; à fractionner la solution, en y ajoutant de l'eau, en une fraction à haute teneur en dextrine, une fraction à haute teneur en dextrine-maltose, une fraction

à haute teneur en maltose, une fraction à haute teneur en maltose-glucose et une fraction à haute teneur en glucose, dans l'ordre indiqué ; puis à récupérer la fraction à haute teneur en maltose. (Les expressions "fraction à haute teneur 5 en A" et "fraction à haute teneur en A-B" telles qu'utilisées dans la présente description s'entendent pour les fractions éluées contenant en tant que constituant(s) prédominant(s) respectivement A, et A et B).

De même, les recherches correspondantes ont permis 10 de constater que le maltose de haute pureté selon l'invention pouvait être obtenu d'une manière constante à une concentration plus élevée et avec un taux de récupération plus élevé, grâce à l'emploi d'une méthode dans laquelle la solution de glucose est introduite dans la colonne en même temps 15 que les fractions à haute teneur en dextrine-maltose et/ou à forte teneur en maltose-glucose obtenues précédemment, tandis que les fractions à haute teneur en dextrine-maltose et/ou à haute teneur en maltose-glucose ainsi obtenues sont introduites dans la colonne en même temps qu'une solution de 20 glucose fraîche lors de l'étape de fractionnement suivante.

La solution de glucose pouvant être utilisée en tant que matière première dans l'invention peut être l'une des solutions d'aldoses, se présentant en mélange essentiellement exempt de cétose, obtenues à partir de l'amidon, et 25 donnant une fraction à haute teneur en maltose présentant une teneur en maltose de 90 %, de préférence de 93 % ou plus, avec un taux de récupération élevé quand on la soumet à un fractionnement selon l'invention. Par exemple, la solution de glucose utilisée en tant que matière première peut être 30 une solution d'amidon saccharifiée, laquelle peut être obtenue en soumettant l'amidon à l'action d'enzymes de dégradation de l'amidon, par exemple les α - et β -amylases, et de l'enzyme de déramification de l'amidon ; ou bien il peut s'agir d'une solution aqueuse d'un sucre d'amidon du commerce, mais dont 35 la teneur en maltose doit être d'au moins 70 %.

La résine échangeuse de cations fortement acide de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux selon l'invention peut consister en une ou plusieurs résines à base d'un copolymère styrène-divinylbenzène, portant par exemple des groupes sulfonyle de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux, tels que Na^+ , K^+ , Ca^{2+} ou Mg^{2+} . Parmi les résines du commerce, on peut citer par exemple le "Dowex 50WX2", le "Dowex 50WX4" et le "Dowex 50WX8" produits de Dow Chemical Company, Midland, Michigan, Etats-Unis ; 10 l'"Amberlite CG-120", produit de Rohm & Haas Company, Philadelphie, Pennsylvanie, Etats-Unis ; le "XT-1022E", produit de Tokyo Chemical Industries, Kita-ku, Tokyo, Japon ; et le "Diaion SK 1B", le "Diaion SK 102" et le "Diaion SK 104", produits de Mitsubishi Chemical Industries Limited, Tokyo, 15 Japon. Toutes ces résines permettent d'obtenir un excellent fractionnement, pour obtenir la fraction à haute teneur en maltose, et elles présentent une forte résistance à la chaleur et à l'abrasion, de sorte qu'elles peuvent être avantageusement utilisées pour produire un maltose de haute pureté 20 à l'échelle industrielle.

Dans le procédé selon l'invention, on introduit la résine, qui présente une granulométrie nominale d'environ 0,01-0,5 mm, dans une ou plusieurs colonnes. La profondeur de lit préférée selon l'invention est généralement de 7 m ou 25 plus. Si l'on utilise deux colonnes, ou plus, elles sont montées en cascade pour donner une profondeur totale de lit de 7 m ou plus.

On peut utiliser en tant que colonne destinée à la mise en oeuvre du procédé selon l'invention n'importe quelle 30 colonne, quels que soient son matériau, ses dimensions et sa forme, du moment qu'elle permet de réaliser les buts de l'invention. La colonne peut être par exemple en verre, en matière plastique ou en acier inoxydable, et sa forme doit être par exemple celle d'un cylindre ou d'un parallélépipède 35 de base carrée, mais elle doit être conçue de façon à donner

un écoulement laminaire aussi efficace que possible quand on introduit la solution de glucose servant de matière première dans la colonne garnie de la résine.

L'invention sera mieux comprise en regard de la 5 description ci-après.

Après avoir garni une ou plusieurs colonnes d'une résine échangeuse de cations fortement acide de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux, en suspension aqueuse, de façon à obtenir une profondeur totale de lit de 10 7 m ou plus tout en maintenant dans la ou les colonnes une température de 45-85°C, on introduit dans la ou les colonnes la solution de glucose servant de matière première, à une concentration d'environ 10 à 70 % en poids, la quantité introduite étant d'environ 1 à 60 % en volume par rapport au 15 volume du lit, et on fait passer dans la ou les colonnes de l'eau, vers le haut ou vers le bas, à un débit d'environ 0,1-2,0, de façon à provoquer le fractionnement de la solution de glucose servant de matière première en une fraction à haute teneur en dextrine, une fraction à haute teneur en 20 dextrine-maltose, une fraction à haute teneur en maltose, une fraction à haute teneur en maltose-glucose et une fraction à haute teneur en glucose, dans l'ordre donné, ce fractionnement étant suivi de la collecte de la fraction à haute teneur en maltose.

25 Bien que les fractions éluées soient généralement recueillies en présentant une teneur volumique de 1-20 % par rapport au volume du lit, elles peuvent être réparties automatiquement en les fractions.

Quand on introduit dans la colonne la solution de 30 glucose servant de matière première, avant, après ou en même temps que l'introduction des fractions à haute teneur en dextrine-maltose et/ou à haute teneur en maltose-glucose précédemment obtenues, la quantité d'eau nécessaire pour provoquer un fractionnement important de la solution de glucose 35 peut être extrêmement faible, et le constituant maltose de la

solution peut être récupéré avec une pureté, une concentration et un taux de récupération plus grands. De préférence, on introduira successivement dans la colonne, dans l'ordre indiqué, la fraction à haute teneur en dextrine-maltose 5 précédemment obtenue, la solution de glucose servant de matière première et la fraction à haute teneur en maltose-glucose précédemment obtenue.

Bien que l'on puisse utiliser en l'état la fraction à haute teneur en maltose ainsi obtenue, on peut, si 10 nécessaire, lui faire subir le traitement ultérieur suivant : on peut soumettre la fraction à des étapes de purification classiques, par exemple à une filtration, une décoloration et/ou une désionisation. On peut ensuite, par exemple, concentrer le produit purifié pour obtenir un sirop, ou le cristalliser pour obtenir un produit (mascuit) pouvant être séché 15 par atomisation et transformé en une poudre cristalline, ou le séparer en une liqueur-mère et des cristaux de maltose de pureté beaucoup plus élevée.

Le maltose de haute pureté ainsi obtenu peut être 20 utilisé avantageusement dans de nombreuses applications, par exemple pour la production de produits alimentaires ou pharmaceutiques.

Les Expériences ci-après montrent les applications de l'invention.

25 EXPERIENCE 1

Solution de glucose d'amidon servant de matière première.

Les solutions de glucose d'amidon servant de matière première et utilisées dans cette expérience ont été 30 préparées à partir de glucoses du commerce énumérées sur le Tableau I, produits par Hayashibara Company, Limited, Okayama, Japon, par dissolution ou dilution dans de l'eau jusqu'à obtention d'une concentration de 45 % en poids.

On a garni une colonne chemisée en acier inoxydable, de diamètre intérieur 5,4 cm, jusqu'à obtenir un lit de

profondeur 10 m, du "Dowex 50WX4 (Na⁺)", une résine échangeuse de cations fortement acide, de forme métal alcalin, disponible sur le marché et produite par Dow Chemical Company, Midland, Michigan, Etats-Unis, en suspension aqueuse.

5 Tout en maintenant la température dans la colonne à 75°C, on a introduit dans la colonne, à raison de 5 % en volume par rapport au volume du lit, chacune des solutions de glucose d'amidon présentées sur le Tableau I, puis on les a fractionnées en y ajoutant de l'eau chaude à 75 % à un
 10 débit de 0,4, cette opération étant suivie de la collecte de la fraction à haute teneur en maltose, dont la teneur en maltose est de 93 % ou plus. Les résultats sont présentés sur le Tableau II.

Les résultats expérimentaux présentés sur le
 15 Tableau II confirment que, quand la teneur en maltose de la solution de glucose d'amidon servant de matière première est de 70 % ou plus, on peut facilement obtenir une fraction à haute teneur en maltose, contenant 93 % ou plus de maltose, avec un taux de récupération beaucoup plus élevé, par exemple
 20 80 % et plus, par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon.

TABLEAU I

25	A	Composition en sucres (%)		
		B	C	D
	Maltrup	7,1	48,0	44,9
	Malstar	3,2	66,0	30,8
	HM-75	1,0	76,8	22,2
30	Sunmalt	4,3	85,0	10,7
	Maltose H	0,6	91,5	7,9

Note : A est la solution de glucose d'amidon servant de matière première (dénomination commerciale ou marque
 35 déposée) ; B est le glucose ; C est le maltose ; D est le maltotriose et les oligosaccharides supérieurs.

TABLEAU II

	A	B	C	D	E
5	Maltrup	48,0	132,2	44,2	Témoin
	Malstar	66,0	231,7	56,3	Témoin
	HM-75	76,8	403,6	84,3	Selon l'invention
	Sunmalt	85,0	483,8	91,3	Selon l'invention
	Maltose H	91,5	548,8	96,2	Selon l'invention

10

Note : A est la solution de glucose d'amidon servant de matière première (dénomination commerciale ou marque déposée) ; B est la teneur en maltose de la solution de glucose d'amidon servant de matière première (%) ; C est 15 la quantité de maltose obtenue dans la fraction à haute teneur en maltose (g) ; D est le rendement en maltose par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon initiale (%) ; E présente des remarques.

EXPERIENCE 2

20

Profondeur du lit

D'une manière analogue à l'Expérience 1, on a garni une ou deux colonnes avec une résine échangeuse de cations fortement acides de forme métal alcalin, de façon à avoir une profondeur totale du lit comprise entre 1 et 20 m, selon le 25 Tableau III.

20

Tout en maintenant à 75°C la température dans les colonnes présentant différentes profondeurs de bain, on a introduit dans les colonnes, en une quantité de 5 % en volume par rapport au volume du lit, 45 % en volume de solutions 30 aqueuses aliquotes de Sunmalt, poudre de glucose d'amidon du commerce présentant une teneur en maltose de 85,0 %, marque déposée par Hayashibara Company, Limited, Okayama, Japon, puis on a procédé à un fractionnement en y introduisant de l'eau chaude à 75°C à un débit de 0,4, l'opération étant 35 suivie de la collecte de la fraction à haute teneur en mal-

tose, qui contenait 93 % de maltose, ou plus. Les résultats sont présentés sur le Tableau III.

Il ressort des expériences, comme on le voit sur le Tableau III, que, quand la profondeur du lit est de 7 m 5 ou plus, il est facile d'obtenir une fraction à haute teneur en maltose, contenant 93 % de maltose ou plus, avec un taux de récupération beaucoup plus élevé, c'est-à-dire de 80 % ou plus du constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon servant de matière première.

10

TABLEAU III

	A	B	C	D	E
15	1	1	114,5	30,1	56,9
	3	1	343,5	102,1	64,2
	5	1	572,5	192,9	72,8
	7	1	801,5	324,9	87,6
	10	1	1145,0	483,8	91,3
	15	1	1715,5	739,3	93,0
20	20	2*	2290,0	994,1	93,8

Note : A est la profondeur totale du lit, en m ; B est le nombre de colonnes ; C est la quantité de solution de glucose d'amidon servant de matière première introduite (ml) ; D est le rendement en maltose dans la fraction à haute teneur en maltose (g) ; E est le rendement en maltose par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon initiale (%) ; *) signifie que les deux colonnes sont montées en cascade.

30 EXPERIENCE 3Température de fractionnement

Après avoir, d'une manière analogue à l'Expérience 1, garni les colonnes d'une résine échangeuse de cations fortement acide de forme métal alcalin, de façon à obtenir 35 des profondeurs de lit de 10 m, on y a introduit des quan-

tités aliquotes de la solution de glucose d'amidon servant de matière première et préparées comme dans l'Expérience 2, et on les a fractionnées d'une manière analogue à l'Expérience 2, sauf que les colonnes ont été maintenues à différentes températures comprises entre 35 et 95°C pendant le fractionnement, cette opération étant suivie de la collecte de la fraction à haute teneur en maltose, contenant 93 % de maltose, ou plus. Les résultats sont présentés sur le Tableau IV.

Les résultats expérimentaux présentés sur le Tableau IV confirment que, quand la colonne est maintenue à une température comprise entre 45 et 85°C, on peut obtenir facilement une fraction à haute teneur en maltose, contenant 93 % de maltose ou plus, avec un taux de récupération beaucoup plus élevé, c'est-à-dire de 80 % ou plus par rapport au constituant maltose qui se trouvait dans la solution de glucose d'amidon initiale, avec un risque plus faible de provoquer une réaction de brunissement.

TABLEAU IV

	A	B	C	D	E
20	35	374,7	70,7	0,023	Facile
	45	430,2	81,2	0,059	Facile
	55	471,1	88,9	0,105	Facile
	65	476,9	90,0	0,150	Facile
	75	483,8	91,3	0,176	Facile
	85	485,9	91,7	0,205	Facile
	95	472,2	89,1	0,496	Difficile

30 Note : A est la température de fractionnement (°C) ; B est la production totale de constituants sucres ayant une teneur en maltose de 93 % ou plus (g) ; C est la production de maltose, en pourcentage par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon servant de matière première (%) ; D est le degré de coloration, obtenu

par la mesure de la densité optique de la fraction à haute teneur en maltose dans une cuve de 10 cm ($A_{420 \text{ nm}} - A_{720 \text{ nm}}$), et par réduction de à valeur obtenue à celle correspondant à une solution à 30 % en poids ; et E concerne la décoloration, 5 quand on utilise du charbon activé, à raison de 0,1 % par rapport aux constituants sucres.

Les exemples ci-après présentent des formes de réalisation de l'invention.

EXEMPLE 1

10 On a préparé une solution de glucose d'amidon servant de matière première en diluant dans de l'eau jusqu'à obtention d'une concentration de 45 % en poids du "HM-75", dénomination commerciale d'un sirop de sucre d'amidon disponible dans le commerce et ayant une teneur en maltose de 15 76,8 %, produit de Hayashibara Company, Limited, Okayama, Japon.

On a garni quatre colonnes chemisées en acier inoxydable, de diamètre intérieur 5,4 cm, avec du "XT-1022E (Na⁺)", résine échangeuse de cations fortement acide de 20 forme métal alcalin du commerce, produit de Tokyo Chemical Industries, Kita-ku, Tokyo, Japon, en suspension aqueuse, de façon à obtenir pour chaque colonne une profondeur de lit de 5 m, et on a monté les colonnes en série de façon à obtenir une profondeur totale de lit de 20 m.

25 La température dans les colonnes étant maintenue à 55°C, on y a introduit la solution de glucose d'amidon, à raison de 5 % en volume par rapport au volume du lit, puis on a fractionné cette solution en y ajoutant de l'eau chaude à 55°C à un débit de 0,13, cette opération étant suivie de la 30 collecte de la fraction à haute teneur en maltose, qui contenait 93 % de maltose, ou plus.

La fraction contenait 808,2 g de maltose, et le taux de récupération a été extrêmement élevé, de 84,3 % par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution 35 de glucose d'amidon initiale.

EXEMPLE 2

On a préparé une solution de glucose d'amidon servant de matière première en dissolvant dans de l'eau jusqu'à obtenir une concentration de 60 % en poids du 5 "Sunmalt", poudre de sucre d'amidon disponible dans le commerce, contenant 85,0 % de maltose, marque déposée par Hayashibara Company, Limited, Okayama, Japon.

La résine utilisée dans l'Exemple 1 a été convertie en la forme K^+ par les méthodes courantes, et introduite 10 dans une colonne chemisée en acier inoxydable de diamètre intérieur 2,2 cm pour donner une profondeur de lit de 10 m.

La température dans la colonne étant maintenue à 60°C, on y a introduit la solution de glucose d'amidon initiale à raison de 3 % en volume par rapport au volume du lit, 15 puis on a fractionné cette solution en y introduisant de l'eau chaude à 60°C à un débit de 0,2, cette opération étant suivie de la collecte de la fraction à haute teneur en maltose, contenant 93 % de maltose, ou plus.

La fraction contenait 65,7 g de maltose, avec un 20 taux de récupération très élevé, de 88,3 % par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon initiale.

EXEMPLE 3

On a préparé une solution de glucose d'amidon servant de matière première en dissolvant dans de l'eau jusqu'à 25 obtenir une concentration de 45 % en poids du "Sunmalt", poudre de sucre d'amidon du commerce ayant une teneur en maltose de 85,0 %, marque déposée par Hayashibara Company Limited, Okayama, Japon.

30 On a garni des colonnes fraîches, en le même matériau et ayant les mêmes dimensions que dans l'Exemple 1, jusqu'à obtenir une profondeur totale de lit de 15 m, avec du "Dowex 50WX4 (Mg^{2+})", résine échangeuse de cations fortement acide du commerce, de forme métal alcalino-terreux, 35 produit de Dow Chemical Company, Midland, Michigan, Etats-

Unis, en suspension aqueuse.

Tout en maintenant la température dans les colonnes à 75°C, on y a introduit la solution de glucose d'amidon à raison de 6,6 % en volume par rapport au volume du lit, puis 5 on l'a fractionnée en y introduisant de l'eau chaude à 75°C à un débit de 0,13, cette opération étant suivie de la collecte de la fraction à haute teneur en maltose, qui contenait 93 % de maltose, ou plus.

La fraction contenait 913,7 g de maltose, et le 10 taux de rendement a été très élevé, de 87,1 % par rapport au constituant maltose de la solution de glucose d'amidon initiale.

EXEMPLE 4

Dans cet exemple, on a procédé à un fractionnement 15 en deux étapes.

Le premier fractionnement a été réalisé comme suit : d'une manière analogue à l'Exemple 1, on a introduit dans une colonne une solution de glucose d'amidon servant de matière première, et on l'a fractionnée, sauf que la solution de glucose d'amidon a été introduite dans la colonne à raison de 20 % en volume par rapport au volume du lit. La Figure présente la configuration d'élution, les fractions A à E représentant, respectivement, la fraction à haute teneur en dextrine, la fraction à haute teneur en dextrine-maltose, 25 la fraction à haute teneur en maltose, la fraction à haute teneur en maltose-glucose et la fraction à haute teneur en glucose, l'élution s'effectuant dans l'ordre indiqué. La Fraction C, à haute teneur en maltose, a été recueillie, et l'on a éliminé du système de fractionnement les Fractions A 30 et E.

Le fractionnement supplémentaire a été réalisé comme suit : on a introduit dans la colonne, successivement, la Fraction B, la solution de glucose d'amidon à raison d'environ 10 % en volume par rapport au volume du lit, puis 35 la Fraction D, dans cet ordre, et l'on a introduit de l'eau

chaude à 75°C comme dans l'Exemple 3 pour provoquer le fractionnement ; l'on a ensuite recueilli les fractions à haute teneur en maltose, qui contenaient 94 % de maltose. Le fractionnement supplémentaire a été répété sur 30 lots au total, 5 et l'on a calculé le résultat moyen par lot. En moyenne, une fraction à haute teneur en maltose contenait 1483 g de maltose, avec un taux de récupération très élevé, de 93,3 % par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon servant de matière première.

10 EXEMPLE 5

On a préparé une solution de glucose d'amidon servant de matière première en dissolvant dans de l'eau jusqu'à obtenir une concentration de 45 % en poids du "Maltose H", dénomination commerciale d'une poudre de sucre d'amidon du commerce ayant une teneur en maltose de 91,5 %, produit de Hayashibara Company, Limited, Okayama, Japon.

On a garni des colonnes fraîches, en le même matériau et ayant les mêmes dimensions que dans l'Exemple 1, jusqu'à obtenir une profondeur totale de lit de 10 m, de 20 l'"Amberlite CG-120 (Ca²⁺)", résine échangeuse de cations fortement acide du commerce, de forme métal alcalino-terreux, produit de Rohm & Haas Company, Philadelphie, Pennsylvanie, Etats-Unis.

Ici aussi, on a procédé à un fractionnement en 25 deux étapes. Le premier fractionnement a été réalisé comme suit : tout en maintenant dans les colonnes la température à 80°C, on y a introduit la solution de glucose d'amidon à raison de 20 % en volume par rapport au volume du lit, puis on l'a fractionnée en y introduisant de l'eau chaude à 80°C 30 à un débit de 0,6 jusqu'à obtenir une configuration d'élution analogue à celle de l'Exemple 4. Comme dans l'Exemple 4, on a recueilli la Fraction C, la Fraction à haute teneur en maltose, et on a éliminé du système de fractionnement les Fractions A et E.

35 Le fractionnement supplémentaire a été réalisé

comme suit : on a introduit successivement dans la colonne la Fraction B, la solution de glucose d'amidon à raison de 10% en volume par rapport au volume du lit, puis la Fraction D, dans cet ordre, et l'on y a introduit de l'eau chaude à 80°C à un débit de 0,6 pour réaliser le fractionnement ; on a ensuite recueilli les fractions à haute teneur en maltose obtenues, qui contenaient 96%, ou plus, de maltose. Le fractionnement supplémentaire a été répété jusqu'à 100 lots au total, et l'on a calculé le résultat moyen par lot : en moyenne, une fraction à haute teneur en maltose contenait 1084 g de maltose, avec un taux de récupération très élevé, de 95% par rapport au constituant maltose se trouvant dans la solution de glucose d'amidon initiale.

Le dessin montre le diagramme d'élution de la solution de sucre d'amidon, pendant le fractionnement ; les fractions A à E représentent respectivement les teneurs fortes en dextrine, fortes en dextrine et maltose, fortes en maltose, fortes en maltose et glucose et fortes en glucose.

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux exemples de réalisation ci-dessus décrits et représentés, à partir desquels on pourra prévoir d'autres modes et d'autres formes de réalisation, sans pour cela sortir du cadre de l'invention.

Revendications

1. Procédé pour la production d'un maltose de haute pureté, caractérisé en ce qu'il consiste à introduire dans une colonne garnie d'une résine échangeuse de cations fortement acide de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux une solution de sucre d'amidon servant de matière première ayant une teneur en maltose d'au moins 70 % ; à fractionner la solution, en y ajoutant de l'eau, en une fraction à haute teneur en dextrine, une fraction à haute teneur en dextrine-maltose, une fraction à haute teneur en maltose, une fraction à haute teneur en maltose-glucose et une fraction à haute teneur en glucose, les expressions "fraction à haute teneur en "A" et fraction à haute teneur en "A-B" signifiant les fractions éluées contenant, en tant que constituant(s) prédominant(s), respectivement A, et A et B, dans cet ordre ; et à récupérer la fraction à haute teneur en maltose.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la profondeur du lit de résine dans la colonne est d'au moins 7 m.
3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la température dans la colonne est maintenue à 45-85°C.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la teneur en maltose de la fraction à haute teneur en maltose est d'au moins 93 %.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la solution de sucre d'amidon servant de matière première est introduite dans la colonne en même temps que les fractions à haute teneur en dextrine-maltose et/ou à haute teneur en maltose-glucose précédemment obtenues.
6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on introduit successivement dans la colonne, dans l'ordre indiqué, la fraction à haute teneur en dextrine-maltose précédemment obtenue, la solution de sucre d'amidon ayant une teneur en maltose d'au moins 70 %, et la fraction à haute teneur en maltose-glucose précédemment obtenue.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il est fait usage d'une résine échangeuse de cations fortement acide portant des groupes sulfonyle, de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux.

5 8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la résine échangeuse de cations fortement acide est de la forme Na^+ , K^+ , Ca^{2+} ou Mg^{2+} .

9. Procédé pour la production d'un maltose de haute pureté, consistant à introduire dans une colonne garnie d'une résine échangeuse d'ions une solution aqueuse contenant du maltose, et à fractionner la solution en un constituant formé de maltose et un constituant formé d'autres sucres, procédé caractérisé en ce que l'on introduit dans une colonne garnie d'une résine échangeuse de cations fortement acide 15 et de forme métal alcalin ou métal alcalino-terreux un sucre d'amidon ayant une teneur en maltose d'au moins 70 %, ce sucre d'amidon étant ensuite fractionné, par addition d'eau, en une fraction à haute teneur en dextrine, une fraction à haute teneur en dextrine-maltose, une fraction à haute teneur 20 en maltose, une fraction à haute teneur en maltose-glucose et une fraction à haute teneur en glucose, dans cet ordre, en terminant par la collecte de la fraction à haute teneur en maltose.

10. Maltose de haute pureté, caractérisée en ce 25 qu'elle est obtenue par un procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10.

11. Procédé de production d'un maltose de haute pureté, caractérisé en ce qu'il correspond à ce qui a été décrit dans la description en regard de l'un quelconque des 30 exemples.

2510581

1/1

